

Estudos preliminares para a determinação de N-Nitrosoglifosato em glifosato baseado em fotoderivatização e extração em fase sólida.

Camila Santos Dourado¹ (PG)*, Erick Soares Lins² (PG) Ana Cristi Basile Dias¹ (PQ);
camila.dourado1@gmail.com

¹Instituto de Química, Universidade de Brasília, CP 04478, CEP: 70910-900, Brasília – DF.

²Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento, Esplanada dos Ministérios, Bl. D, CEP: 70043-900, Brasília-DF

Palavras Chave: N-nitrosoglifosato, extração em fase sólida, análises em fluxo, fotoderivatização.

Introdução

O Glifosato (n-(fosfonometil)glicina) é um herbicida utilizado mundialmente e apresenta baixa toxicidade, entretanto, durante sua síntese, impurezas potencialmente carcinogênicas podem ser produzidas, sendo o NNG (N-nitrosoglifosato) uma das mais relevantes. A legislação regulariza o limite máximo permitido de NNG como 1,0 mg/kg para sua comercialização, sendo o método analítico usado na indústria baseado em cromatografia iônica seguida de derivatização química, sob condições severas de acidez e temperatura¹. No presente trabalho, são apresentados estudos preliminares para a determinação de NNG a partir da sua fotoderivatização com radiação UV seguida da separação em fase sólida dos íons nitrito e radicais nitrosil gerados e posterior determinação espectrofotométrica. Esta estratégia surge como uma alternativa mais simples e menos onerosa para a determinação do analito.

Resultados e Discussão

Um estudo de fotoderivatização foi realizado por meio da exposição do analito (1,0 mg L⁻¹ de NNG) contido em um béquer, a uma distância de 1,0 cm de uma lâmpada UV de baixa pressão (254 nm) por apenas 5 min.. A eficiência do processo foi estimada em 73 % de conversão de NNG em espécies nitrito e nitrosil utilizando medidas espectrofotométricas (via Reação de Griess). Na derivatização ácida, usualmente empregada, a conversão é de aproximadamente 84% em um procedimento que leva cerca de 15 min. sob alta temperatura; demonstrando então um bom desempenho da estratégia proposta.

Apesar dos resultados promissores, a fotoderivatização apresenta o inconveniente da liberação de radicais nitrosil que podem interagir rapidamente com o glifosato (matriz a ser investigada), formando novamente o NNG, o que comprometeria a sua aplicação se uma estratégia de separação não for utilizada. Neste sentido, propõe-se o uso da extração em fase sólida (SPE) com resina de troca aniônica forte (Stracta-SAX) para a separação dos íons NO₂⁻ e dos radicais nitrosil gerados após a fotoderivatização.

Ensaios preliminares realizados de forma automatizada em um sistema de análise por injeção sequencial (SIA) (Fig. 1) equipado com a coluna para SPE mostraram que o íon nitrito pode ser retido na fase sólida. Neste sistema, 1,8 mL de soluções de nitrito (0,05 a 0,25 mg.L⁻¹) foram percolados pela coluna contendo 80 mg da fase sólida e as eluições foram realizadas com 300 µL da solução do reagente de Griess, sendo o eluído transportado com água até um detector espectrofotométrico. A curva analítica obtida apresentou linearidade adequada (R²=0,995) e repetibilidade de 2,14% foi observada para injeções sucessivas do padrão 0,25 mg L⁻¹ (n=4), mostrando a possibilidade de uso desta estratégia para a determinação de nitrito gerado na fotoderivatização do NNG.

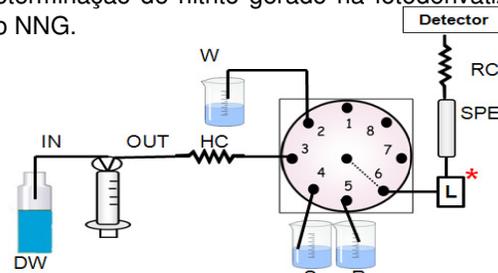


Figura 1. Representação esquemática do sistema automático empregado para a determinação de nitrito (NO₂⁻). DW: Água destilada; HC: Bobina de retenção; S: Amostra; R: Reagente indicador de nitrito (Griess); W: descarte; SPE: Coluna de extração em fase sólida; RC: Bobina de reação.

Nas próximas etapas pretende-se acoplar a lâmpada UV de baixa pressão no ponto "L" destacado na Fig.1 de forma a possibilitar a fotoderivatização do NNG e em seguida a retenção das espécies produzidas em linha.

Conclusões

Esta proposta apresentou inovação frente à simplicidade operacional e perspectiva para determinação seletiva de NNG em amostras de glifosato.

Agradecimentos

CAPES, INCTAA, CNPq.

¹Monsanto Agricultural Products Company, *Standard Analytical Method* N° AQC 1140 E, 2011.